

10/532802
Rec'd PCT/PTO 25 APR 2005
JP 03/13641 #2

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

09.1.2004

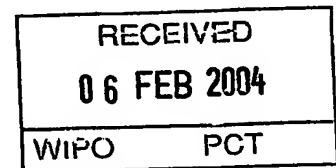
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 ✓ 2002年10月25日
Date of Application:

出 願 番 号 特願2002-311212
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2002-311212]

出 願 人 昭和電工株式会社
Applicant(s):

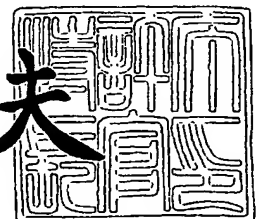


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月14日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 11H140333

【提出日】 平成14年10月25日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B24B 57/02

【発明の名称】 研磨材スラリー

【請求項の数】 12

【発明者】

【住所又は居所】 長野県塩尻市大字宗賀 1 番地 昭和電工株式会社 塩尻
生産・技術統括部内

【氏名】 三枝 浩

【発明者】

【住所又は居所】 長野県塩尻市大字宗賀 1 番地 昭和電工株式会社 塩尻
生産・技術統括部内

【氏名】 今井 文男

【発明者】

【住所又は居所】 長野県塩尻市大字宗賀 1 番地 昭和電工株式会社 塩尻
生産・技術統括部内

【氏名】 伊藤 桂

【特許出願人】

【識別番号】 000002004

【氏名又は名称】 昭和電工株式会社

【代理人】

【識別番号】 100064908

【弁理士】

【氏名又は名称】 志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】 100108578

【弁理士】

【氏名又は名称】 高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】 100089037

【弁理士】

【氏名又は名称】 渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】 100101465

【弁理士】

【氏名又は名称】 青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】 100094400

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴木 三義

【選任した代理人】

【識別番号】 100107836

【弁理士】

【氏名又は名称】 西 和哉

【選任した代理人】

【識別番号】 100108453

【弁理士】

【氏名又は名称】 村山 靖彦

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008707

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704938

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 研磨材スラリー

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 酸化セリウムを含む希土類酸化物を主成分とする研磨材と、アニオン系界面活性剤と、ノニオン系界面活性剤とを含有し、且つ、pH が 11 以上であることを特徴とする研磨材スラリー。

【請求項 2】 前記研磨材は希土類酸化物を 90 質量%以上含有することを特徴とする請求項 1 に記載の研磨材スラリー。

【請求項 3】 前記希土類酸化物は酸化セリウムを 50～90 質量%含有することを特徴とする請求項 1 に記載の研磨材スラリー。

【請求項 4】 前記希土類酸化物は、炭酸希土塩を出発原料として製造されることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の研磨材スラリー。

【請求項 5】 研磨材粒子の 50%累積平均径 (D50) が、0.01～10 μm であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載の研磨材スラリー。

【請求項 6】 研磨材粒子の比表面積が、1～50 m^2/g であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の研磨材スラリー。

【請求項 7】 前記アニオン系界面活性剤が、カルボン酸塩、スルホン酸塩、硫酸エステル塩、リン酸エステル塩の低分子化合物および高分子化合物からなる群から選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の研磨材スラリー。

【請求項 8】 前記ノニオン系界面活性剤が、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステルからなる群から選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする請求項 1～7 のいずれかに記載の研磨材スラリー。

【請求項 9】 水、炭素数 1～10 の 1 価アルコール類、グリコール類、炭素数 1～10 の多価アルコール、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、テトラヒドロフランおよびジオキサンからなる群から選ばれる少なくとも 1 種の溶媒を含有することを特徴とする請求項 1～8 のいずれかに記載の研磨材スラ

リー。

【請求項 10】 リン酸塩、セルロースエーテル類および水溶性高分子からなる群から選ばれる少なくとも 1 つを含むことを特徴とする請求項 1～9 のいずれかに記載の研磨材スラリー。

【請求項 11】 請求項 1～10 のいずれかに記載の研磨材スラリーを用いて研磨されたことを特徴とする基板。

【請求項 12】 光学レンズ用ガラス基板、光ディスク用ガラス基板、プラズマディスプレイ用ガラス基板、液晶用ガラス基板、液晶テレビ用カラーフィルター、LSI フォトマスク用ガラス基板、及び磁気ディスク用ガラス基板からなる群から選ばれる 1 つであることを特徴とする請求項 11 に記載の基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光学レンズ用、光ディスク用、磁気ディスク用、プラズマディスプレイ用、液晶用、又は LSI フォトマスク用等のガラス基板を始めとする光学、エレクトロニクス関連基板の精密研磨に用いられる研磨材に関するものであり、特に、研磨レート（研磨速度）および表面粗さ等の研磨特性に優れており、かつ、スクラッチ等の表面欠陥をほとんど生じずに研磨することができる研磨材スラリーに関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、磁気ディスク用ガラス基板、薄膜トランジスタ（TFT）型 LCD や、ねじれネマチック（TN）型 LCD などの液晶用ガラス基板、液晶テレビ用カラーフィルター、LSI フォトマスク用ガラス基板等のエレクトロニクス関連基板分野において、研磨技術は益々重要な地位を占めつつある。

【0003】

特に磁気ディスク用基板分野においては、軽量化に伴う薄型化や高速回転時のディスクのうねりに耐えうる高い剛性等の機械的特性が要求されるとともに、高記録密度化への要求が非常に高まっている。高記録密度化を達成する目的で、磁

気ヘッドの磁気ディスク基板に対する浮上高さは非常に小さくなりつつあり、それを達成するために、磁気ディスク基板は鏡面のような平坦性や小さい表面粗さが要求され、かつ表面の微小スクラッチ、微小ピットなどの欠陥が極力無いことが要求される。そのため、高精度に表面研磨することが必要とされる。また、薄型化、機械的特性あるいは高い記録密度を満足させるために、ガラスの化学組成や製法についても種々の改良がなされている。例えば、ガラス基板としては従来から用いられている化学強化ガラス以外に、リチウムシリケートを含む結晶化ガラス基板や、クォーツ結晶が大半を占める結晶化ガラス基板も開発されてきている。しかしながら、これらのガラス基板は非常に加工性が悪く、従来の研磨材による研磨では加工速度が遅く、生産性が悪化する。

【0004】

ガラス基板の表面研磨に用いられる研磨材としては、酸化鉄や酸化ジルコニウムあるいは二酸化珪素に比べて研磨速度が数倍優れているとの理由から、希土類酸化物、特に酸化セリウムが用いられており、一般的には砥粒を水等の液体に分散させて使用する。研磨材を用いて表面研磨を行う際には、高精度な表面研磨性能と共に、高い研磨速度を両立させることが要求されている。

【0005】

そこで、研磨材として酸化セリウムを用いた場合に、研磨速度を速くするための方策が種々開示されている。例えば、酸化セリウム等にコロイド状シリカやアルミナ等を添加する研磨方法や、酸化セリウムを含む研磨材に塩化マグネシウムを含有させた研磨材などが開示されている（例えば、特許文献1、特許文献2参照。）。しかし、このような異粒子ゾルを添加すると、表面スクラッチあるいはピットの増加につながり、高い表面精度を達成することができない。

【0006】

一方で、高い表面精度を達成するために、例えば、2以上のカルボキシル基を有する有機酸を含有したアルカリ性酸化第二セリウムゾルからなる研磨材や、アニオン系界面活性剤とノニオン系界面活性剤を被覆した酸化セリウム粒子、並びに界面活性剤を分散させた水よりなるCMP研磨液が開示されている（例えば、特許文献3、特許文献4参照。）。

【0007】

しかしながら、2以上のカルボキシル基を有する有機酸を含有したアルカリ性酸化第二セリウムゾルからなる研磨材を用いた場合、ゾルの平均粒子径が2～200nmと小さいため研磨速度が極端に遅くなるだけでなく、研磨加工コストの増加や安定した品質の達成が困難であるという問題点があった。また、CMP研磨液は、研磨材が酸化セリウムであるため研磨液のpHが高くなり、研磨速度が低く、表面粗さも大きくなってしまう。

従って、上述したいずれの研磨材、研磨方法によっても、精度に優れた表面研磨と研磨速度とを両方満足させることができなかった。

【0008】

【特許文献1】

特公昭38-3643号公報

【特許文献2】

特開平3-146585号公報

【特許文献3】

特開平8-3541号公報

【特許文献4】

特開2000-248263号公報

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、表面平坦性が高く、表面粗さが小さく、表面の微小スクラッチや微小ピット等をほとんど生じさせないような精度に優れた表面研磨を達成しつつ、かつ、速い研磨速度を達成することができる研磨材スラリーを提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明の研磨材スラリーは、酸化セリウムを含む希土類酸化物を主成分とする研磨材と、アニオン系界面活性剤と、ノニオン系界面活性剤とを含有し、且つ、pHが11以上であることを特徴とする。なお、本明細書において「主成分」と

は、80質量%以上含有されるものを示す。

また、上記研磨材は希土類酸化物を90質量%以上含有することが好ましい。

また、上記希土類酸化物は酸化セリウムを50～90質量%含有することが好ましい。

また、上記希土類酸化物は、炭酸希土塩を出発原料として製造されることが好ましい。

また、研磨材粒子の50%累積平均径(D50)が、 $0.01 \sim 10 \mu\text{m}$ であることが好ましい。

また、研磨材粒子の比表面積が、 $1 \sim 50 \text{m}^2/\text{g}$ であることが好ましい。

また、上記アニオン系界面活性剤が、カルボン酸塩、スルホン酸塩、硫酸エステル塩、リン酸エステル塩の低分子化合物および高分子化合物からなる群から選ばれる少なくとも一種であることが好ましい。

また、上記ノニオン系界面活性剤が、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステルからなる群から選ばれる少なくとも一種であることが好ましい。

また、水、炭素数1～10の1価アルコール類、グリコール類、炭素数1～10の多価アルコール、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、テトラヒドロフランおよびジオキサンからなる群から選ばれる少なくとも1種の溶媒を含有することが好ましい。

また、リン酸塩、セルロースエーテル類および水溶性高分子からなる群から選ばれる少なくとも1つを含むことが好ましい。

本発明の基板は、上述した研磨材スラリーを用いて研磨されたものである。

また、上記基板を光学レンズ用ガラス基板、光ディスク用ガラス基板、プラズマディスプレイ用ガラス基板、液晶用ガラス基板、液晶テレビ用カラーフィルターおよびLSIフォトリソマスク用ガラス基板からなる群から選ばれる1つとして用いることが好ましい。特に、磁気ディスク用ガラス基板として用いることが好ましい。

【0011】

【発明の実施の形態】

本発明の研磨材スラリーは、酸化セリウムを含む希土類酸化物を主成分とする研磨材と、アニオン系界面活性剤と、ノニオン系界面活性剤とを必須成分とし、且つ、pHが11以上であることを特徴とする。このような構成を採用することにより、表面平坦性が高く、表面粗さが小さく、表面の微小スクラッチや微小ピット等をほとんど生じさせないような精度に優れた表面研磨を達成するとともに、良好な研磨レート（研磨速度）とすることができる。

一方、上記界面活性剤を単独で用いた場合や、スラリーのpHが11未満の場合では、望ましい表面粗さと研磨レートとを得ることができない。

【0012】

以下、研磨材スラリーを構成する各成分について説明する。

〈研磨材〉

本発明に使用される研磨材は、希土類酸化物を80質量%以上含有していることが必要であり、好ましくは90質量%以上含有していることがよい。希土類酸化物が80質量%未満の場合、被研磨体の表面にスクラッチが発生しやすくなる。

【0013】

希土類酸化物は、酸化セリウムを50質量%～90質量%の範囲で含有していることが好ましい。酸化セリウムの含有量が50質量%未満では、望ましい研磨レートを得ることが難しくなり、90質量%を超えると、アニオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤を含有してもpHを11以上とすることが困難となる。そのため、十分な研磨レートを得ることができないだけでなく、表面粗さも粗くなってしまう。

【0014】

また、希土類酸化物中には、酸化セリウム以外に、酸化ランタン、酸化プラセオジム、酸化ネオジムなどを含有していてもよい。

【0015】

本発明において研磨材粒子は、体積換算の50%累積平均径（D50）が0.01～10 μ mであることが好ましく、より好ましくは0.05～5.0 μ m、特に好ましくは0.1～2.0 μ mである。50%累積平均粒（D50）が0.

0.1 μm 未満であると、十分な研磨レートを得ることが難しくなり、10 μm を超えると被研磨体の表面にスクラッチや微小ピットが発生しやすくなる傾向にある。

ここで、体積換算の50%累積平均径 (D_{50}) とは、体積換算で示された粒度分布において、粒度の小さい方から積算して50%になる粒径である。

【0016】

本発明においては、炭酸希土塩を出発原料として製造される希土類酸化物を用いることが望ましい。ここで、出発原料となる炭酸希土塩は、天然に存在するセリウム、ランタン、プラセオジウム、及びネオジウム等を多く含む希土精鉱を粉砕した後、アルカリ金属、アルカリ土類金属、放射性物質等の希土類以外の成分を化学的に分離除去して、重炭酸アンモニウムやシュウ酸などで炭酸塩とすることで得られる。

この炭酸希土を電気炉等で約500℃～約1200℃で焼成した後、焼成粉を粉砕することにより、希土類酸化物を主成分とする研磨材を製造することができる。なお、焼成条件、粉砕条件等を適宜選択することにより、所望の粒度分布を有する研磨材を得ることができる。

【0017】

また、焼成の状態は、研磨材粒子の比表面積の数値で判断することができるが、比表面積が1～50 m^2/g の範囲であることが好ましく、さらには2～20 m^2/g の範囲であることが特に好ましい。比表面積が1 m^2/g が未満の場合、被研磨体の表面にスクラッチや微小ピットが発生しやすくなり、50 m^2/g を超えると、研磨レートが低下する。

【0018】

〈アニオン系界面活性剤〉

本発明に使用されるアニオン系界面活性剤としては、公知のカルボン酸塩（石鹸、N-アシルアミノ酸塩、アルキルエーテルカルボン酸塩、アシル化ペプチド等）、スルホン酸塩（アルカンスルホン酸塩（アルキルベンゼンスルホン酸塩も含む）、アルキルナフタレンスルホン酸塩、スルホコハク酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、N-アシルスルホン酸塩等）、硫酸エステル塩（硫酸化油、アル

キル硫酸塩、アルキルエーテル硫酸塩、アルキルアリルエーテル硫酸塩、アルキルアミド硫酸塩等)、燐酸エステル塩(アルキル燐酸塩、アルキルエーテル燐酸塩、アルキルアリルエーテル燐酸塩等)から選ばれ、低分子化合物や高分子化合物も含まれる。ここで、塩とはLi塩、Na塩、K塩、Rb塩、Cs塩、アンモニウム塩、及びH型の少なくとも1種から選ばれる。

【0019】

例えば、石鹸としては、炭素数がC12～C18の脂肪酸塩であり、一般には脂肪酸基としては、ラウリル酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸が挙げられ、N-アシルアミノ酸塩としては、炭素数がC12～C18のN-アシル-N-メチルグリシン塩やN-アシルグルタミン酸塩が挙げられる。アルキルエーテルカルボン酸塩としては、炭素数がC6～C18の化合物が挙げられ、アシル化ペプチドとしては、炭素数がC12～C18の化合物が挙げられる。スルホン酸塩としては、炭素数がC6～C18の前記化合物が挙げられ、例えば、アルカンスルホン酸では、ラウリルスルホン酸、ジオクチルサクシンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、ミリスチルスルホン酸、ケリルベンゼンスルホン酸、ステアリルスルホン酸等が挙げられる。硫酸エステル塩としては、炭素数がC6～C18の前記化合物が挙げられ、例えば、ラウリル硫酸、ジオクチルサクシン硫酸、ミリスチル硫酸、ステアリル硫酸等のアルキル硫酸塩、燐酸エステル塩としては、炭素数がC8～C18の前記化合物が挙げられる。高分子型界面活性剤としては、特殊ポリカルボン酸型化合物(花王(株)、商品名:デモールEP)も例示できる。

【0020】

本発明において、アニオン系界面活性剤の含有量は、研磨材に対して0.05～20質量%が好ましく、より好ましくは0.1～10質量%である。

【0021】

〈ノニオン系界面活性剤〉

本発明に使用されるノニオン系界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル等が挙げ

られる。

【0022】

本発明において、ノニオン系界面活性剤の含有量は、研磨材に対して0.0001～10質量%が好ましく、より好ましくは0.001～1.0質量%である。

【0023】

研磨材スラリーの製造方法としては、例えば、研磨材を製造する際に、あらかじめ焼成して得られた焼成粉を水や水溶性有機溶媒等に分散させ、次いで湿式粉碎を行う方法でもよいし、あるいは、焼成粉を乾式粉碎した後、得られた粉末を水に湿式分散させる方法でもよい。ただし、本発明においては、例えばボールミル等を用いた湿式粉碎プロセスを経ることが望ましい。

【0024】

上記水溶性有機溶媒としては、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール等の炭素数が1乃至10の1価アルコール類、エチレングリコール、グリセリン等の炭素数3乃至10の多価アルコール、アセトン、ジメチルスルホキシド (DMSO)、ジメチルホルムアミド (DMF)、テトラヒドロフラン、ジオキサン等が挙げられる。これらの中でも、水、アルコール又はグリコール類が好ましい。これらは、単独で又は2種以上を組み合わせ用いられる。

【0025】

さらに、本発明の研磨材スラリーには、スラリーの沈降防止あるいは安定性向上を図るために、必要に応じてトリポリリン酸塩のような高分子分散剤、ヘキサメタリン酸塩等のリン酸塩、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等のセルロースエーテル類、ポリビニルアルコール等の水溶性高分子などの添加剤を添加することもできる。これらの添加剤の添加量は、研磨材に対して、0.05～20質量%の範囲内であることが一般的に好ましく、特に好ましくは0.1～10質量%の範囲である。

【0026】

このようにして調製される研磨材スラリーの研磨材濃度（スラリー濃度）は1

～50質量%、好ましくは5～40質量%、さらに好ましくは10～30質量%である。研磨材濃度が1質量%を下回ると、十分な研磨性能を発揮させることが難しくなり、50質量%を越えるとスラリーの粘度が上昇して流動性が高くなるので製造上の問題が発生しやすくなり、かつ過剰な研磨材を使用することになるので不経済でもある。

【0027】

本発明の研磨材スラリーが適用される被研磨体に特に制限はないが、好ましくは、光学レンズ用ガラス基板、光ディスクや磁気ディスク用ガラス基板、プラズマディスプレイ用ガラス基板、薄膜トランジスタ（TFT）型LCDやねじれネマチック（TN）型LCDなどの液晶用ガラス基板、液晶テレビ用カラーフィルター、LSIフォトリソマスク用等のガラス基板などの各種光学、エレクトロニクス関連ガラス材料や、一般のガラス製品等の仕上げ研磨に用いられる。これらの中でも、特に磁気ディスク用ガラス基板に好適である。

【0028】

磁気ディスク用ガラス基板は、高剛性で薄型化に対応できる上に、耐衝撃性が高い等のメリットを生かした基板として注目されており、その基板のガラス材料は、化学強化ガラスと結晶化ガラスに大別されている。これらの材料はいずれもガラス本来の脆いという欠点を克服するために強化処理を施したものである。通常、ガラス表面の傷の存在は機械的強度を大きく損なうため、ディスク信頼性向上の点からイオン交換による化学強化処理が施されている。すなわち、ガラス基板（原板）をアルカリ熔融塩中に浸し、ガラス表面のアルカリイオンと熔融塩中のより大きなイオンとを交換することで、ガラスの表面層に圧縮応力歪み層を形成して、破壊強度を大幅に増加させたものである。このように化学強化されたガラス基板はガラス内部からのアルカリ溶出が抑えられており、このような化学強化された磁気ディスク（HD）用基板材料に対しても、本発明の研磨材スラリーは優れた研磨性能（研磨速度、基板の表面粗さ、スクラッチなどの表面欠陥の抑制等）を得ることができる。好ましく使用されるHD用ガラス基板としては、 Li^+ と Na^+ とを含むアルミノシリケートガラス基板、 K^+ と Na^+ とを含むソーダライムガラス基板や、結晶化ガラスが挙げられる。

【0029】

【実施例】

以下、実施例を用いて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0030】

(実施例1)

市販の粗炭酸希土粉末(灼熱減量: 55.8%)を4kg用い、箱形電気炉で焼成を行った。焼成条件は昇温速度を1.7℃/分とし、焼成温度が900℃で保持時間を2時間とした。焼成後の粉末中に含まれる元素を分析したところ、希土類元素の含有率が99質量%であり、希土類酸化物のうちに含まれる酸化セリウム濃度は60質量%であった。また、得られた焼成粉の比表面積をBET法の比表面積測定装置で求めたところ、 $10\text{ m}^2/\text{g}$ であった。

焼成して得られた焼成粉1.7kgを純水2.5kg中に投入して攪拌し、次いで、カルボン酸塩として特殊カルボン酸型高分子界面活性剤(商品名「デモールEP」、花王(株)製)を68g(焼成粉に対して4質量%に該当)および、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル(商品名「エマルゲンMS-110」、花王(株)製)を0.17g(焼成粉に対して0.01質量%に該当)をそれぞれ添加して攪拌を行い、スラリーを作製した。

得られたスラリーを湿式粉砕機に通して循環しながら2.5時間湿式粉砕処理を行った後、スラリーに純水を添加して濃度が20質量%の研磨材スラリーを8kg得た。得られた研磨材スラリーのpHは12.0であった。

また、得られた研磨材スラリーの一部を用い、レーザー回折式粒度分布測定器(「HR850」、CILAS社製)で測定したところ、体積換算の50%累積平均粒径(D50)は $0.55\text{ }\mu\text{m}$ であった。

【0031】

(実施例2～7)

実施例1において、カルボン酸塩およびポリオキシアルキレンアルキルエーテルの添加量をそれぞれ表1に示す添加量に変更した以外は、実施例1と同様にして研磨材スラリーを製造した。

【0032】

(比較例1～2)

実施例1において、カルボン酸塩およびポリオキシアルキレンアルキルエーテルの添加量を適宜調節して、それぞれ表1に示す添加量となるように変更した以外は、実施例1と同様にして研磨材スラリーを製造した。

【0033】

(比較例3)

実施例1において、出発原料を市販の粗炭酸希土粉末から高純度炭酸セリウムに変更し、カルボン酸塩およびポリオキシアルキレンアルキルエーテルの添加量を表1に示す添加量となるように変更した以外は、実施例1と同様にして研磨材スラリーを製造した。

【0034】

【表1】

	使用原料	アニオン系 界面活性剤 添加量 (対粉wt%)	ノニオン系 界面活性剤 添加量 (対粉wt%)	スラリー pH
実施例1	炭酸希土	4.0	0.01	12.0
実施例2	炭酸希土	4.0	0.001	11.6
実施例3	炭酸希土	4.0	0.005	11.7
実施例4	炭酸希土	4.0	0.05	11.5
実施例5	炭酸希土	4.0	0.1	12.0
実施例6	炭酸希土	3.0	0.01	11.2
実施例7	炭酸希土	10.0	0.01	12.5
比較例1	炭酸希土	4.0	0	11.7
比較例2	炭酸希土	0	1.0	10.1
比較例3	高純度炭酸セリウム	10.0	0.01	9.6

【0035】

実施例、比較例で得られた研磨材スラリーを用いて、下記に示す被加工物（被研磨体）の研磨を行った。研磨機は4ウエイタイプ両面研磨機（「USP-5B」、不二越機械工業（株）製）を用い、研磨パッドはスウェードタイプのパッド（「ポリテックスDG」、ロデール製）を用いた。また、スラリー供給速度は 60 ml/min 、下定盤回転数は 90 rpm 、加工圧力は 75 g/cm^2 、研磨時間は 10 min で研磨を実施した。研磨後、ガラス基板を研磨機より取り出し、純水を用いて超音波洗浄を行い、その後、乾燥させて以下の評価を行った。その結果を表2に示す。

なお、被加工物としては、予め市販の酸化セリウム系研磨材（「SHOROX H-1」、東北金属化学（株）製）で研磨しておいた、磁気ディスク用の $\phi 2.5$ インチのアルミノシリケートを主成分とするガラス基板（表面粗さ $R_a = 9\text{ \AA}$ ）を用いた。

【0036】

被加工物の評価：

（1）表面粗さ（ R_a ）

原子間力顕微鏡（AFM）を用いて、ガラス基板表面の表面粗さ（ R_a ）を測定した。

【0037】

（2）表面欠陥

微分干渉顕微鏡を用いてガラス基板表面を観察し、表面の付着状態、ピット、スクラッチの発生の有無等を調べた。スクラッチの評価は、ガラス基板表面に発生したスクラッチの本数で示し、表面欠陥の評価は、3段階の相対的な評価で行い、ピットの発生がほとんどなく表面状態が良好である場合には「A」、ややピットの発生があり、実用上問題である場合を「B」、表面状態が非常に悪い場合を「C」で示した。

【0038】

（3）研磨レート

研磨前後におけるガラス基板の重量変化から研磨レート（ $\mu\text{ m/min}$ ）を求めた。

【0039】

【表2】

	研磨レート ($\mu\text{m}/\text{分}$)	表面粗さ Ra (\AA)	潜傷 相対本数	表面欠陥 相対評価
実施例1	0.89	2.3	18	A
実施例2	0.79	2.4	30	A
実施例3	0.90	2.3	34	A
実施例4	0.91	2.5	27	A
実施例5	0.81	2.1	33	A
実施例6	0.77	2.6	32	A
実施例7	0.95	2.2	22	A
比較例1	0.47	3.2	39	A
比較例2	0.28	4.1	120	C
比較例3	0.45	4.2	32	A

【0040】

表2から明らかなように、実施例1～7の研磨材スラリーを用いて研磨した場合には、研磨レートが速く、且つ表面粗さが小さく、スクラッチや表面欠陥のない良好な研磨表面を実現することができた。

一方、比較例1の研磨材スラリーは、ノニオン系界面活性剤が含有されていないため、これを用いて研磨した場合には、研磨レートが遅く、且つ表面粗さが大きかった。

比較例2の研磨材スラリーは、アニオン系界面活性剤が含有されておらず、且つpHが11未満のため、これを用いて研磨した場合には、研磨レートが遅く、表面粗さが大きく、スクラッチや表面欠陥が生じ、精密研磨には不適であることが判明した。

比較例3の研磨材スラリーは、アニオン系界面活性剤およびノニオン系界面活

性剤は含有されているものの pH が 11 未満であるため、これを用いて研磨した場合も、研磨レートが遅く、且つ表面粗さが大きかった。

【0041】

【発明の効果】

以上詳しく説明したように、本発明によれば、エレクトロニクス関連の基板、特に磁気ディスク用のガラス基板等の精密研磨において、表面平坦性が高く、表面粗さが小さく、表面の微小スクラッチや微小ピット等をほとんど生じさせないような精度の高い表面研磨を達成しつつ、かつ速い研磨速度を達成することができる研磨材スラリーを提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 表面平坦性が高く、表面粗さが小さく、表面の微小スクラッチや微小ピット等をほとんど生じさせないような精度に優れた表面研磨を達成しつつ、かつ、速い研磨速度を達成することができる研磨材スラリーを提供することを目的とする。

【解決手段】 本発明の研磨材スラリーは、酸化セリウムを含む希土類酸化物を主成分とする研磨材と、アニオン系界面活性剤と、ノニオン系界面活性剤とを含有し、且つ、pHが11以上であることを特徴とする。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-311212
受付番号	50201612501
書類名	特許願
担当官	第三担当上席 0092
作成日	平成14年10月28日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000002004
【住所又は居所】	東京都港区芝大門1丁目13番9号
【氏名又は名称】	昭和電工株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100064908
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】	100108578
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】	100089037
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】	100101465
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】	100094400
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所

次頁有

認定・付加情報 (続き)

【氏名又は名称】	鈴木 三義
【選任した代理人】	
【識別番号】	100107836
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	西 和哉
【選任した代理人】	
【識別番号】	100108453
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	村山 靖彦

次頁無

特願2002-311212

出願人履歴情報

識別番号

[000002004]

1. 変更年月日
[変更理由]

1990年 8月27日

新規登録

住 所
氏 名

東京都港区芝大門1丁目13番9号
昭和電工株式会社